

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DE LA RECHERCHE

BUREAU DE RECHERCHES GÉOLOGIQUES ET MINIÈRES

SERVICE GÉOLOGIQUE NATIONAL

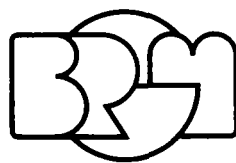
B.P. 6009 – 45018 Orléans Cédex – Tél.: (38) 63.00.12

INTERACTION ENTRE GÉOLOGIE, MINÉRALOGIE ET MINÉRALURGIE

Exemple des grès armoricains à titane et zirconium

J.C. ROBERT, A. L'HOMER, J.M. PRÉVOSTEAU,
Z. JOHAN, G. BARBERY

(Publication à paraître dans la Revue de l'Industrie Minérale)



Travaux financés par
la Délégation générale à la
recherche scientifique et technique

*ACTION CONCERTÉE : Valorisation des minerais
polymétalliques disséminés et fins*

COMITÉ : Valorisation des ressources du sous-sol

Décisions d'aides : n° 72.07.0728 et 74.07.815

Département Minéralurgie

77 SGN 147 MIN

Mars 1977

R E S U M E .

Les grès armoricains correspondent à des dépôts sédimentaires détritiques de l'Ordovicien, contiennent des quantités importantes de titane , de zirconium et de terres rares .

Les travaux préliminaires avaient démontré que le problème majeur de mise en valeur de ces gisements serait le traitement minéralurgique nécessaire afin de produire des concentrés acceptables par les industries chimiques du pigment de titane ou céramique de réfractaires au zirconium .

Ces grès minéralisés sont présents sur une échelle régionale allant de la pointe de Crozon à la bordure normande du Massif Armoricain, et il a été nécessaire de réaliser une étude géologique de la variabilité de ces grès . On a ainsi pu établir la position des principaux bancs au sein des grès ordovi-ciens, ainsi que les profils détritiques des principaux gîtes minéralisés .

Une étude minéralogique, associée à une étude d'aptitude au traitement minéralurgique, a été réalisée sur une série de 14 échantillons donnant une vaste couverture régionale. Elle a permis de préciser la nature minéralogique des différents minéraux titanifères, et de classer les grès en types , dont les deux principaux, correspondant en fait à des types extrêmes, ont été étudiés en détail. Il s'agit du type anatase et du type rutile .

On présente les problèmes du traitement de ces minerais potentiels, et l'interaction nécessaire entre les études géologiques, minéralogiques et minéralurgiques pour définir les zones types sur lesquelles les efforts de prospection doivent se concentrer dans les travaux de mise en valeur de ce type de gisement .

TABLE DES MATIERES

	Pages
RESUME	
1. INTRODUCTION	1
2. MARCHE du TITANE, du ZIRCONIUM et des TERRES RARES	2
3. ETUDE d'ECHANTILLONS PROVENANT de DIVERS SECTEURS D'AFFLEUREMENT des GRES ORDOVICIENS	3
3.1. Caractères lithologiques	3
3.1.1. <i>Texture, cristallinité des quartz</i>	3
3.1.2. <i>Constituants majeurs associés</i>	5
3.1.3. <i>Ciment matrice</i>	5
3.1.4. <i>Diaclases</i>	5
3.2. Etude détaillée des minéralisations titanifères	5
3.2.1. <i>Les minéralisations titanifères</i>	5
3.2.2. <i>Répartition des minéraux titanifères</i>	8
3.2.3. <i>Conclusions</i>	15
3.3. Aptitude à l'enrichissement - Distinction de minerais types	15
4. ETUDE PARTICULIERE des MINERAIS de LA GLACERIE et de BAILLEUL ..	20
4.1. Etude géologique	20
4.1.1. <i>Etudes lithographiques</i>	20
4.1.2. <i>Données sédimentologiques sur les horizons minéralisés</i>	21
4.1.3. <i>Récapitulatif des résultats des études</i>	24
4.2. Etude texturale	26
4.2.1. <i>Fonctions analytiques</i>	26
4.2.2. <i>Caractérisation "in situ" des minerais de Bailleul et de La Glacerie</i>	26
4.2.3. <i>Confrontation des résultats pour les deux gisements</i>	27
4.4.4. <i>Taux d'inclusions dans le rutilé</i>	29
4.3. Etude du traitement	29
4.3.1. <i>Minerai de Bailleul</i>	29
4.3.2. <i>Minerai de La Glacerie</i>	29

1. INTRODUCTION .

La présence de minéraux porteurs de titane et de zirconium dans les grès de l'Ordovicien en Vendée-Bretagne-Normandie a été découverte à la fin des années cinquante grâce à la radioactivité provoquée par le zircon et la monazite qui sont contenus dans ces roches. Une prospection régionale, par scintillométrie, menée au début des années soixante, a montré que l'ensemble du Massif Armoricaïn pouvait être considéré comme une zone favorable en ce qui concerne la présence de ces grès minéralisés. La figure 1 montre la situation des indices de gisements de grès à titane et zirconium du Massif Armoricaïn .

Ces grès correspondent à des dépôts sédimentaires détritiques de l'Ordovicien et contiennent des quantités importantes de titane, de zirconium et de terres rares. Avant de poursuivre l'inventaire détaillé de ces formations dont les réserves apparaissent comme très importantes, il convenait de résoudre le problème de la valorisation des minéraux utiles contenus. C'est dans ce cadre de référence : couverture régionale de la localisation des indices de gisements - minéralogie particulière des indices - valorisation difficile de minéraux, qu'il est apparu qu'une approche intégrée mettant en oeuvre minéralurgie - minéralogie - géologie, pourrait apporter une méthode cohérente de développement .

2. MARCHÉ du TITANE, du ZIRCONIUM et des TERRES RARES.

Le titane est principalement utilisé sous forme de dioxyde de titane pigmentaire. La consommation mondiale actuelle dépasse 1 500 000 t de TiO_2 par an alors que celle du titane métal n'est que de 45 000 t (soit 67 000 exprimées en équivalent TiO_2). Industriellement, deux procédés sont utilisés pour fabriquer le pigment. L'attaque sulfurique réalisée à partir d'ilménite ou des scories titanées, et la chloruration qui nécessite du rutile. Le premier est polluant à cause du sulfate ferreux produit, mais la matière première utilisée est peu coûteuse. Le second, au contraire, est un procédé propre mais qui nécessite du rutile, minéral exploité essentiellement à partir des sables de plages d'Australie dont les cours se sont élevés fortement ces dernières années et dont les réserves sont limitées. Dans plusieurs pays, une solution séduisante est expérimentée au stade pilote; elle consiste à fabriquer à partir de l'ilménite du rutile artificiel utilisable par le procédé au chlore.

En France, deux producteurs se partagent la fabrication du pigment TiO_2 avec 150 000 t/an environ au total. Il s'agit de la société Thann et Mulhouse avec 90 000 t/an (usines à Thann et au Havre) et de la société Ti-Oxyde (filiale de British Titan Products) avec 60 000 t/an (usine à Calais). Ces usines produisent le pigment par le procédé sulfurique soit à partir d'ilménite importée d'Australie (Thann et Le Havre) soit à partir des scories titanées provenant du Canada (Calais). L'évolution des cours de ces matières premières a été très différente les unes des autres ces dernières années. En effet, alors que l'ilménite et les scories ont relativement peu augmenté, le rutile a subi des variations importantes (de 150 \$A à 300 \$A en prix FOB/Long ton entre le début et la fin 1974).

Le zirconium comme le titane est encore peu utilisé sous forme de métal. Par contre, il entre dans la composition de nombreux produits industriels (sables et moules de fonderie, réfractaires, céramique, abrasifs, ferro-alliages, chimie, électrodes et poudres à souder). La consommation mondiale actuelle en zircon est de l'ordre de 450 000 t par an provenant essentiellement des sables de plages d'Australie. Les cours ont fortement augmenté en 1973 et 1974 atteignant 300 \$ A/t FOB. Cette hausse a été provoquée en partie par des problèmes d'environnement posés à certains exploitants australiens et par l'augmentation considérable des achats japonais destinés à la fabrication de réfractaires utilisés en sidérurgie. Actuellement, la situation est redevenue plus normale avec des cours de l'ordre de 140 \$ A/t FOB.

La consommation française de zircon est de l'ordre de 32 000 t/an dont 25 000 t environ sont utilisées pour la fabrication de réfractaires et particulièrement d'électro-réfractaires.

Les terres rares sont utilisées dans des domaines très variés, en tant qu'éléments additifs en métallurgie et en sidérurgie, en pétrochimie, en électronique, en verrerie et céramique. Leur fabrication fait appel à des procédés complexes (notamment leur séparation mutuelle) qui s'appliquent essentiellement sur trois minéraux d'importance industrielle : la monazite et le xénotime récupérés généralement comme sous produits dans les exploitations de placers fluviaux ou littoraux (Inde, Australie, Brésil, Malaisie) et la bastnaesite extraite de carbonatite (Etats-Unis). L'approvisionnement ne semble pas poser de problème compte tenu de réserves importantes et, par suite, les cours devraient rester assez stables (actuellement, de l'ordre de 170 \$A/t FOB pour la monazite australienne). La France consomme entre 4500 et 5000 tonnes/an de concentrés.

3. ETUDE D'ECHANTILLONS PROVENANT de DIVERS SECTEURS D'AFFLEUREMENT des GRES ORDOVICIENS .

Le but de cette étude était de permettre d'obtenir les données suivantes :

- classification minéralogique et pétrographique des principaux types de gisements reconnus ,
- étude minéralogique détaillée des minéraux porteurs du titane ,
- évaluation de l'aptitude au traitement minéralurgique .

Les données obtenues se rapportent à l'étude de 14 échantillons provenant des localités suivantes, qui sont repérées sur la figure 1 (ci-après) :

- La Glacerie	B
- Bailleul	N
- Telgruc	G
- Rougé	C
- Acqueville	A
- La Serpandaie	J
- La Fromière	H
- Morgat	K
- Ste Brigitte	F
- Ste Suzanne	L
- Kerlaz	D
- Camp romain	E
- Teurteville	M
- St Léonard	I

On a réalisé les études suivantes :

31. CARACTERES LITHOLOGIQUES .

311. Texture, cristallinité des quartz; trois types principaux sont distingués :

- a) grès; grains pratiquement indemnes de toute recristallisation, jointifs, uniquement en contact par des points ,
- b) grès quartzite; la recristallisation syntaxiale de SiO_2 sur les quartz conduit à rendre les grains coalescents (texture en mosaïque),
- c) quartzite; une recristallisation plus poussée conduit à l'imbrication des cristaux .

312. Constituants majeurs associés :

a) micas détritiques .

Lorsque ceux-ci sont alignés en fines strates sédimentaires (tendance psammitique), le clivage de la roche s'en trouve facilité .
Ils n'ont jamais été observés en grande abondance (0 à 4 %) ;

b) feldspaths .

Seuls quelques échantillons ont révélé la présence de feldspaths, plagioclases peu altérés et potassiques altérés; généralement les concentrations en minéraux lourds sont plus faibles dans ces roches au degré d'évolution moindre .

c) minéraux lourds .

Les minéraux opaques sont parfois très abondants et constituent 50 % du stock lourd, généralement altérés; ils libèrent des oxydes en grande quantité (fer surtout).

Le grain moyen varie entre 40 et 100 μm .

313. Ciment matrice .

La cohésion granulaire de ces roches est assurée essentiellement par deux facteurs : la texture des cristaux de quartz et la répartition et la nature des remplissages intersticiels (ciment matrice).

Le ciment est le plus souvent phylliteux (argiles-micas); il s'y ajoute toutefois une grande quantité de produits d'altération (ferrugineux pour l'essentiel).

Les ciments siliceux n'ont pas été distingués dans ce chapitre; ils sont intégrés dans la notion de texture, cristallinité des quartz .

La répartition du ciment prend principalement trois allures : pelliculaire continue autour des grains dans les textures peu cristallisées, discontinue dans les quartzites; il peut localement constituer des amas isolés (\emptyset 100 à 300 μm) ou au contraire des microfilonnets très peu épais mais d'allongement pouvant atteindre plusieurs centaines de microns .

314. Diaclases .

Elles sont dans l'ensemble assez rares et généralement cicatrisées par des dépôts cristallins quartzeux, argileux ou ferrugineux .

32. ETUDE DETAILLEE DES MINERALISATIONS TITANIFERES .

321. Les minéralisations titanifères .

Les corrélations établies entre les faciès observés à la loupe binoculaire, en frottis et en lames minces polies, ont donné les résultats suivants :

3211. Rutile :

On note au moins quatre types de rutile différents :

. rutile en forme de grains de riz bruns à noirs,

parfois cannelés de taille voisine de celle des zircons (essentiellement entre 20 et 63 microns) à surface lisse, d'origine détritique ;

- rutile orangé
de taille comparable à celle du type précédent, à surface corrodée. Il s'agit peut être du rutile précédent en cours d'altération. Il semble que le stade d'altération suivant conduise en une transformation partielle en leucoxène .

Ce leucoxène donne uniquement des clichés Debye Scherrer aux rayons X de rutile .

Ces deux types de rutile sont les plus fréquents .

- rutile rouge en baguettes
ou en agrégats souvent étroitement associé à l'anatase ou au leucoxène (rutile authigène ?).
- mélange de rutile et d'hématite
en fines aiguilles dérivant peut-être d'anciennes ilménites .

3212. Anatase :

Ce minéral se présente souvent sous forme d'agrégats de tablettes ou d'octaèdres jaune-brunâtres, de petites dimensions (< 0,020 mm) qui participent au matériel du leucoxène A .

Il apparaît aussi, plus rarement semble-t-il, sous l'aspect de cristaux automorphes plus largement cristallisés.

S'il paraît s'agir généralement d'un minéral authigène (néoformation à partir de leucoxène dérivant du rutile ou d'autres phases telles que l'ilménite), on ne peut cependant exclure l'hypothèse de la présence de grains d'anatase d'origine détritique, donc de deux populations distinctes. L'anatase de petite taille néoformée serait pour sa part un constituant du leucoxène A décrit ci-dessous .

3213. Leucoxène :

L'observation macroscopique et microscopique montrent qu'il existe deux termes principaux du matériel d'altération.

Les deux termes définis par l'observation optique sont les suivants :

- leucoxène A : leucoxène recristallisé en anatase partiellement ou totalement .

L'aspect, à la loupe binoculaire, est microcristallin, plus ou moins cireux, gris-jaunâtre à bleuâtre; on distingue mal les formes cristallines .

- leucoxène R : leucoxène constitué essentiellement de rutile résiduel et d'autres phases .

A la loupe binoculaire, l'aspect est pulvérulent, beige clair, sans forme visible .

L'étude à la microsonde électronique a été axée sur les variations de la composition chimique du leucoxène et sur la nature des impuretés qui se trouvent dans ce 'minéraloïde' .

Le but de l'étude était de démontrer dans quelle mesure la composition du leucoxène peut influencer la pureté des produits de traitement et limiter éventuellement leur teneur en titane .

Trois gisements ont été choisis, représentatifs du lot étudié, surtout en ce qui concerne le rapport leucoxène/rutile et le degré de recristallisation du leucoxène :

- . La Fromière ,
- . La Glacerie ,
- . Bailleul .

Les analyses quantitatives à la microsonde électronique ont mis en évidence, outre le titane et le fer, la présence systématique d'aluminium et de silicium dans les grains de leucoxène. Ces quatre éléments ont été dosés simultanément, en utilisant TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 et SiO_2 comme témoins. Les analyses ont été effectuées sur les lames minces polies d'une part et sur les sections polies des concentrés de rutile et de leucoxène d'autre part .

Les résultats obtenus sont les suivants :

- la teneur en titane des leucoxènes provenant des trois gisements étudiés n'excède pratiquement jamais 90% TiO_2 . Comme le montre la figure 2, il existe une corrélation négative entre la teneur en TiO_2 et celle en SiO_2 , mais les points de projection des analyses se répartissent statistiquement entre les deux limites A et B qui sont elles-mêmes des droites de corrélation préférentielle. On remarque que la droite A corréle la quasi-totalité des grains analysés de La Glacerie .

Les causes de cette répartition particulière sont visibles sur la figure 3. En effet, le diagramme $TiO_2-Fe_2O_3$ permet de voir que l'ensemble corrélé suivant la droite A est caractérisé par une teneur en fer très élevée, tandis que celui de B a statistiquement une teneur en fer inférieure à 2 % Fe_2O_3 .

- il convient de souligner que l'ensemble B, malgré de faibles teneurs en fer, présente des teneurs en TiO_2 très variables, allant de 40 à 90 %. On a étudié ces variations sur une centaine de grains de leucoxène du gisement de La Fromière. La plus grande partie des grains ont des teneurs entre 70 et 80% TiO_2 .

Ces variations considérables en TiO_2 sont dues à la présence d'une phase silicatée dans le leucoxène. Les dosages simultanés de Si et Al démontrent une nette corrélation entre ces deux éléments (figure 4). Il est donc presque certain que la phase silicatée est un aluminosilicate. La pente de la droite de corrélation donne un rapport du nombre d'atomes Si/Al = 1,3. Ceci permet de penser qu'il pourrait s'agir d'un minéral du groupe kaolinite-dickite-nacrite, mais à structure désordonnée, car les rayons X n'ont donné aucune raie de diffraction correspondant à cette phase .

- l'étude du leucoxène de La Fromière, au microscope électronique à balayage, révèle des fantômes de la structure d'exsolutions (fort probablement les exsolutions d'ilménite dans le rutile, figure 5, A) ainsi qu'une structure feuilletée de l'intérieur des grains de leucoxène (figure 5, B et C).

322. Répartition des minéraux titanifères .

Compte tenu des résultats précédents, un essai d'analyse minéralogique semi-quantitative a été effectué sur les fractions lourdes ($d > 3,33$), obtenues à partir de fractions granulométriques inférieures à 100 microns.

Les poids et pourcentages de ces fractions sont donnés dans le tableau 1 .

Du point de vue minéralogique, une analyse semi-quantitative approximative a été effectuée. Les résultats sont présentés dans les tableaux 2 et 3 .

Cette analyse a été faite par optique classique (estimation volumétrique à la loupe binoculaire essentiellement) pour les deux fractions 63 - 40 et 40 - 20 μm .

L'examen de ces tableaux permet d'effectuer une classification plus précise en fonction des quatre constituants suivants : zircon + monazite, rutile, leucoxène A + anatase, leucoxène R. On a :

- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> . groupe 1 riche en anatase
+
leucoxène A | { Bailleul ,
Telgruc ,
Camp romain ,
Teurteville ,
Kerlaz ,
Morgat |
| <ul style="list-style-type: none"> . groupe 2 pauvre en anatase
et en leucoxène A et en
leucoxène R mais riche en
rutile (rutile orangé sur-
tout) | { La Glacerie ,
Ste Brigitte ,
Rougé ,
La Serpudaie ,
La Fromière . |
- . Ste Suzanne se classe à part en raison de sa "titanohématite" .
 - . St Léonard et Acqueville sont intermédiaires entre les groupes 1 et 2.

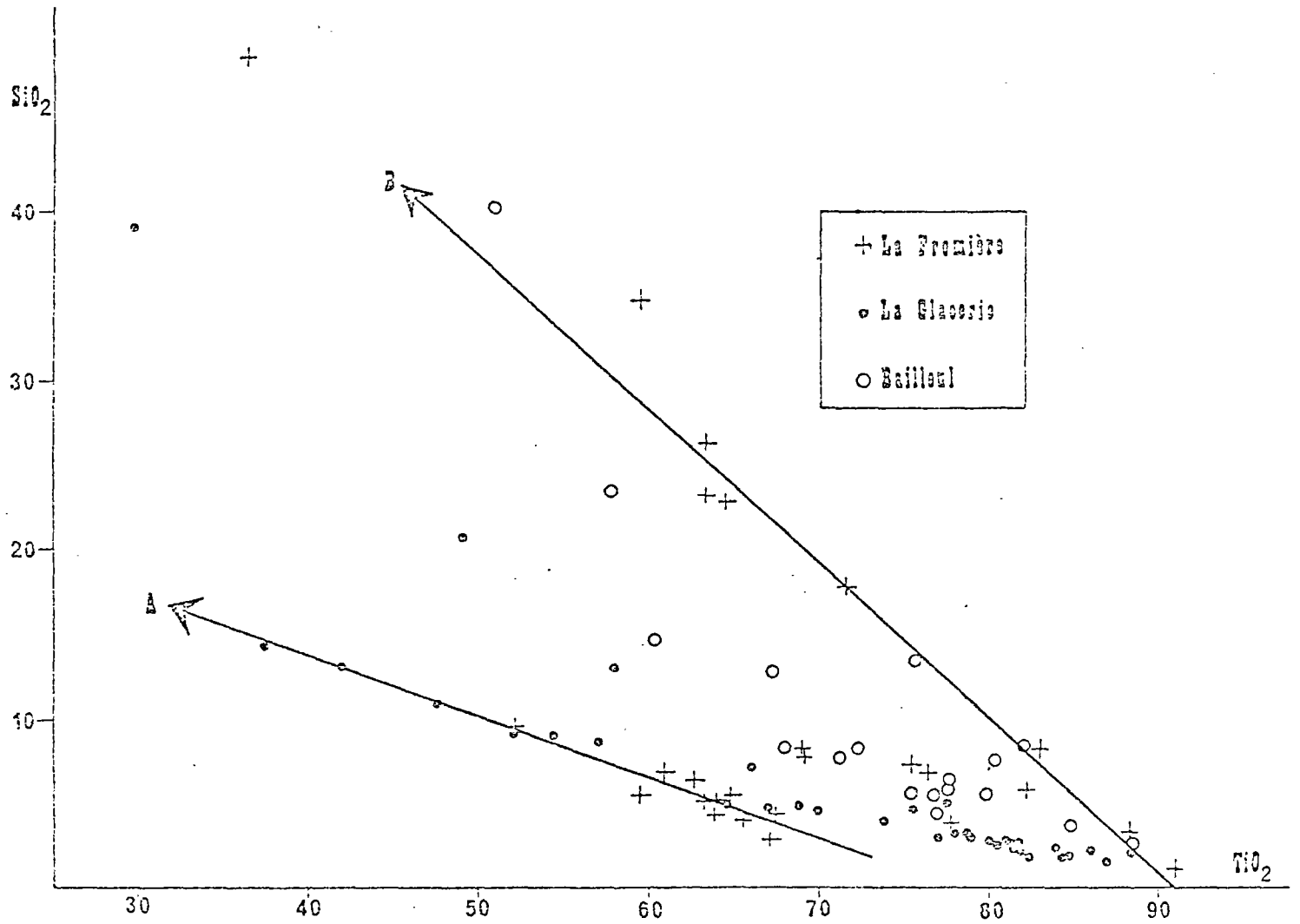


FIGURE 2 : RELATION ENTRE SiO_2 et TiO_2 DANS LES GRAINS DE LEUCOXENE - ANALYSE PONCTUELLE A LA MICROSONDE .

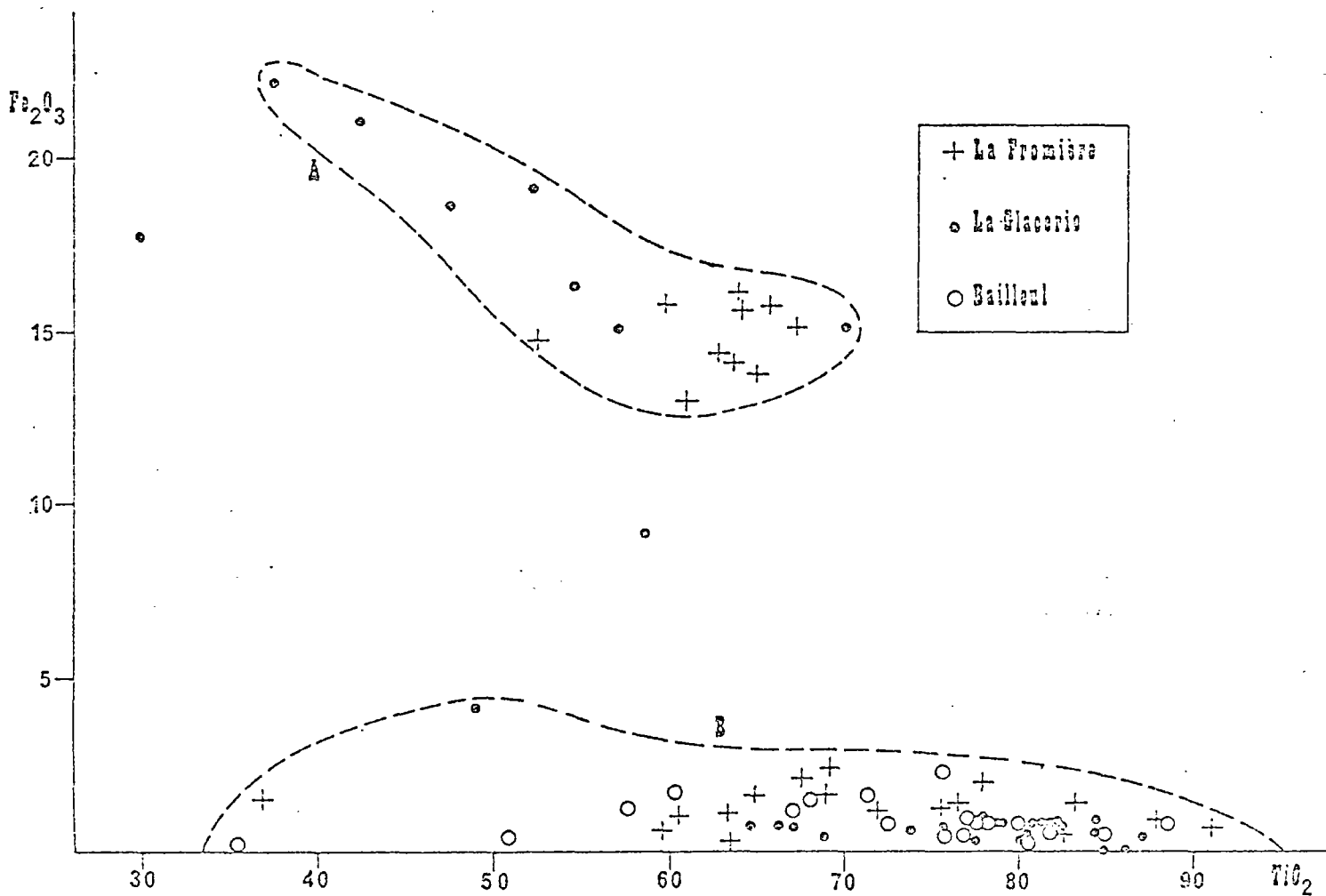


FIGURE 3 : RELATION ENTRE Fe_2O_3 ET TiO_2 DANS LES GRAINS DE LEUCOXENE .

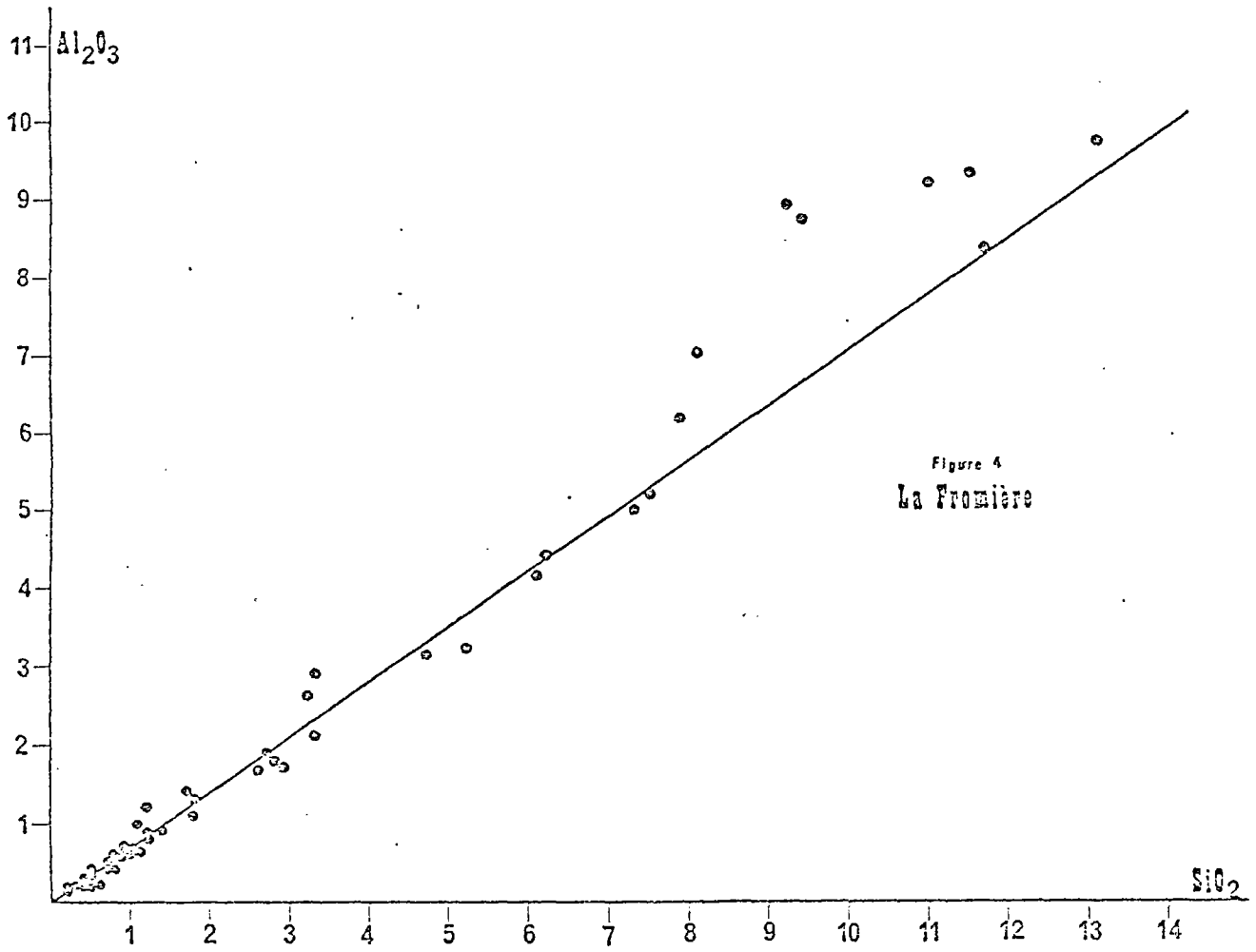


FIGURE 4 : RELATION ENTRE Al_2O_3 et SiO_2 DANS LES
GRAINS DE LEUCOXENE .

"Leucoxène"

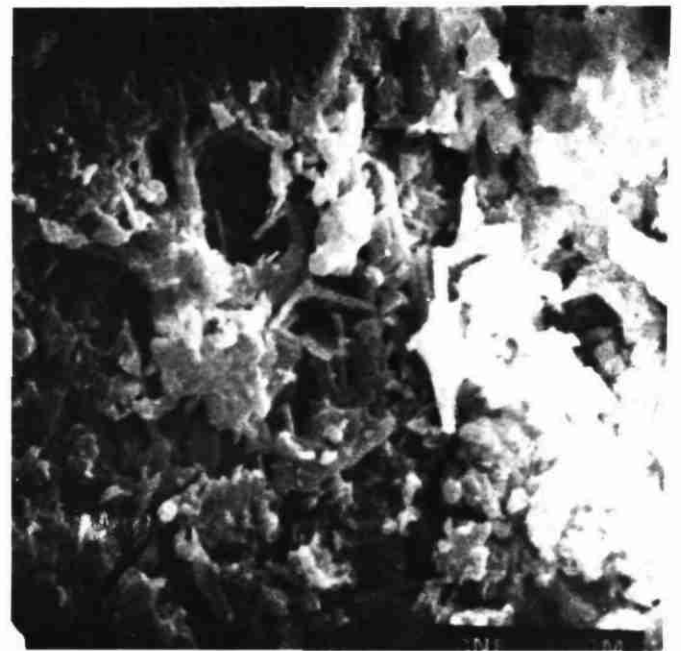
La Fromière

MEB

6000 X

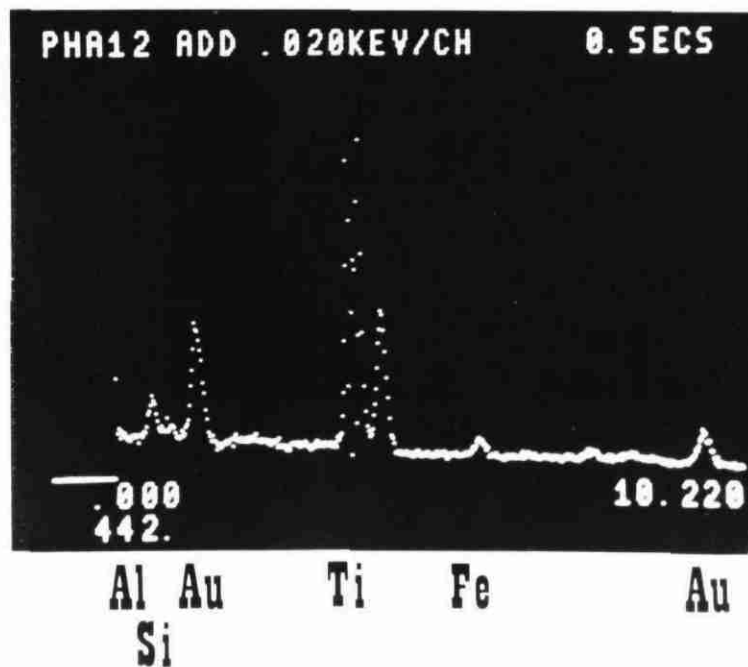
Figure 5

A



B

C



Echantillon	Fraction granulométrique en mm	%	% cumulé	Fractions lourdes récupérées d > 3,3		
				%	%	%
				fraction	brut	cumulés
Sta Erigitte	> 0,063	3,22	3,22	5,3	0,17	0,17
	+ 0,040	24,10	27,32	18,5	4,47	4,64
	+ 0,020	43,40	70,72	10,0	4,34	8,98
	< 0,020	29,28	100,00	8,3	2,43	11,41
Kerlez	> 0,063	4,65	4,65	3,5	0,16	0,16
	+ 0,040	23,30	27,95	17,1	4,00	4,16
	+ 0,020	26,00	53,35	19,0	4,95	9,11
	< 0,020	46,05	100,00	11,5	5,32	14,43
Teurteville	> 0,063	23,60	23,60	1,6	0,37	0,37
	+ 0,040	30,70	54,30	11,0	3,38	3,75
	+ 0,020	21,40	75,70	19,0	4,05	7,81
	< 0,020	24,30	100,00	6,3	1,53	9,34
Sta Suzanne	> 0,063	14,75	14,75	19,6	2,90	2,90
	+ 0,040	30,50	45,25	21,3	6,50	9,40
	+ 0,020	19,70	64,95	11,0	2,17	11,57
	< 0,020	35,05	100,00	5,3	1,85	12,42
Camp Romain	> 0,063	12,75	12,75	3,0	0,38	0,38
	+ 0,040	32,50	45,25	19,4	6,30	6,68
	+ 0,020	22,40	67,65	15,3	3,43	10,11
	< 0,020	32,35	100,00	10,0	3,23	13,34
Telgruc	> 0,063	15,65	15,65	3,1	0,48	0,48
	+ 0,040	30,60	46,25	13,9	4,25	4,73
	+ 0,020	27,60	73,85	15,7	4,33	9,06
	< 0,020	26,15	100,00	10,0	2,61	11,67
La Glacerie	> 0,063	16,30	16,30	2,4	0,39	0,39
	+ 0,040	30,50	46,80	43,5	13,30	13,69
	+ 0,020	20,80	67,60	45,6	9,50	23,19
	< 0,020	32,40	100,00	23,2	7,65	30,84
La Rouge	> 0,063	17,50	17,50	5,7	1,00	1,00
	+ 0,040	31,10	48,60	15,5	4,82	5,82
	+ 0,020	19,90	69,50	11,1	2,21	8,03
	< 0,020	30,50	100,00	9,3	2,93	10,96
St Léonard s/Bois	> 0,063	19,10	19,10	4,95	0,94	0,94
	+ 0,040	29,30	48,40	17,9	5,24	6,18
	+ 0,020	17,60	66,20	16,2	2,66	9,05
	< 0,020	33,80	100,00	7,0	2,36	11,42
Acqueville	> 0,063	8,75	8,75	8,6	0,75	0,75
	+ 0,040	30,40	39,15	27,6	8,39	9,14
	+ 0,020	23,20	62,35	27,5	5,38	15,52
	< 0,020	37,65	100,00	14,1	5,31	20,83
La Fromière	> 0,063	5,95	5,95	10,0	0,59	0,59
	+ 0,040	22,80	28,75	27,4	6,25	7,84
	+ 0,020	27,90	56,65	35,4	10,15	17,99
	< 0,020	43,35	100,00	15,0	6,52	24,51
Beilleul	> 0,063	13,40	13,40	1,75	0,23	0,23
	+ 0,040	33,50	46,90	15,5	5,18	5,41
	+ 0,020	20,15	67,05	15,7	3,16	8,57
	< 0,020	32,95	100,00	11,3	3,72	12,29
La Serpauçaise	> 0,063	8,00	8,00	5,25	0,42	0,42
	+ 0,040	27,50	35,50	14,5	4,00	4,42
	+ 0,020	22,20	57,70	15,0	3,34	7,76
	< 0,020	42,90	100,00	12,8	5,42	13,18
Morgat	> 0,063	7,05	7,05	3,8	0,25	0,25
	+ 0,040	27,10	34,15	19,5	5,28	5,54
	+ 0,020	25,50	59,65	21,4	5,47	11,01
	< 0,020	40,35	100,00	7,8	3,15	14,15

TABLEAU 1 : POIDS et % des FRACTIONS GRANULOMETRIQUES et des MINERAUX LOURDS CORRESPONDANTS (d > 3,33) .

	La Fromière		Ste Brigitte		Acqueville		Rougé		Bailleul		Telgruc	
	40 - 63 µm	20 - 40 µm	40 - 63 µm	20 - 40 µm	40 - 63 µm	20 - 40 µm	40 - 63 µm	20 - 40 µm	40 - 63 µm	20 - 40 µm	40 - 63 µm	20 - 40 µm
Zircon + monazite	25	25	40	50	35	25	30	30	60	40	50	30
Rutile	15	30	50	45	25	25	35	40	25	25	25	20
Anatase + leucoxène A	10	d	5	d	25	30	10	10	15	30	20	40
Leucoxène R	50	40	5	5	15	20	25	20	d	5	5	10
	La Glacerie		St Léonard		La Serpudaie		Camp Romain		Teurteville		Kerlaz	
Zircon + monazite	40	50	30	40	35	30	30	30	30	20	40	20
Rutile	50	40	50	35	45	40	30	30	35	35	30	25
Anatase + leucoxène A	5	5	15	20	5	10	35	40	30	40	30	50
Leucoxène R	5	5	5	5	15	20	5	10	5	5	d	5
	Morgat		Ste Suzanne		d = décelé							
Zircon + monazite	20	25	40	25								
Rutile	30	20	10	20								
Anatase + leucoxène A	50	50	d	15								
Leucoxène R	d	5	d	10								
Hématite + inclusions de rutile			50	30								

TABLEAU 2 : EXAMEN OPTIQUE des FRACTIONS LOURDES (d > 3,33) .
(Estimation quantitative en % volumétriques).

Echantillons	Quartz	Dolomite	Goethite	Hématite	Mica Illite	Kaolinite	Autres minéraux			
							Rutile	Zircon	Anatase	Monazite
Ste Suzanne	Tr			A			A	A	P	
Telgruc	Tr						A	P	A	
Bailleul			F				P	P	TA	
Camp Romain							P	P	TA	Tr ?
Teurteville		Tr ?					A	A	A	
Morgat						F	P	P	A	Tr ?
Kerlaz						F	P	P	TA	Tr ?
La Serpudaie			P	P		Tr	P	P	P	Tr ?
St Léonard	F						A	TA		Tr ?
La Glacerie							A	TA		Tr ?
Ste Brigitte	Tr				F	Tr	A	F	Tr	Tr ?
Acqueville					Tr ?		A	A	P	Tr ?
La Fromière							TA	P	P	
Rougé						Tr	A	P	P	

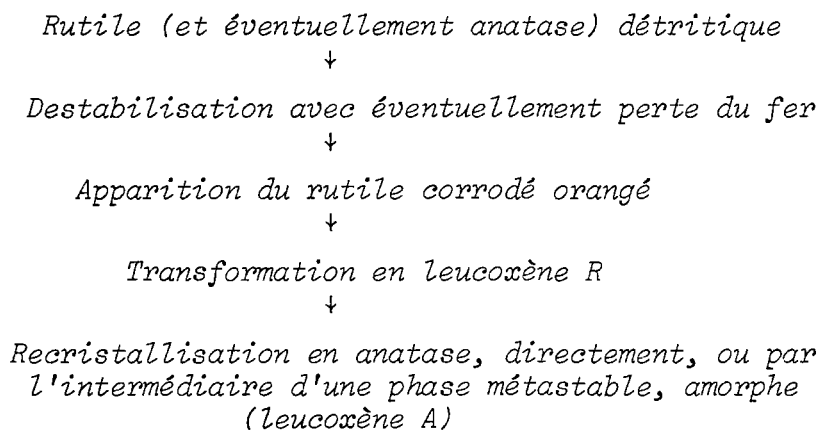
(Abréviations : TA : très abondant - A : abondant - P : présent - F : faible - Tr : Traces)

TABLEAU 3 : ANALYSE par DIFFRACTOMETRIE de RAYONS X de la
FRACTION LOURDE (d > 3,33) < 20 MICRONS .

323. Conclusions .

L'étude effectuée a permis essentiellement d'acquérir une image des minéralisations en présence et d'établir une classification schématique des types de gisements examinés.

Les données obtenues permettent également d'esquisser un schéma évolutif approximatif des minéralisations. On peut concevoir l'hypothèse suivante :



En fait, si les mécanismes de ce schéma hypothétique sont probablement tous présents, l'ordre de leur succession est beaucoup plus problématique dans le temps et dans l'espace. Non seulement, il est probable qu'ils participent plus ou moins tous à l'élaboration de la minéralisation dans un même dépôt, mais il est encore possible que plusieurs remaniements et donc plusieurs mécanismes aient précédé la minéralisation finale .

33. APTITUDE à l'ENRICHISSEMENT - DISTINCTION de MINÉRAIS TYPES .

La texture de ces grès armoricains pose deux problèmes majeurs de valorisation, qui sont :

- . la libération des minéraux utiles très fins,
et ensuite
- . la séparation de ces minéraux dont la difficulté est liée à leur finesse .

Une série d'essais a été réalisée sur les quatorze échantillons et a consisté à leur faire subir le processus donné en figure 6. Une série de tableaux caractéristique de chaque échantillon a ainsi été établie. Un exemple en est donné au tableau 4 .

Parmi les nombreuses corrélations qui ont été tentées ou établies, celle donnée en figure 7 permet de comprendre l'interaction entre la minéralogie et le comportement au cours du broyage .

1. Aspect : vert clair

2. Analyse générale :

B.R.G.M.	SiO ₂	: 59,55	Fe ₂ O ₃	: 5,50	H ₂ O ⁻	: 0,14
	FeO	: 3,15	MnO	: 0,09	H ₂ O ⁺	: 3,25
	P ₂ O ₅	: 0,49	CaO	: 0,50	Na ₂ O	: 0,09
	Al ₂ O ₃	: 5,15	MgO	: 0,80	K ₂ O	: 0,22
	TiO ₂	: 15,90			ZrSiO ₄	: 5,60

	Poids %	Poids % cumulé	Rutile		Zircon	
			%	ρ	%	ρ
3. <u>Après broyeur Nyberg</u>	+ 500 μm	46,69	15,89	47,24	4,44	41,84
	250	7,59	15,42	7,45	3,75	5,75
	150	4,21	14,83	3,97	1,67	1,42
	105	4,37	14,40	4,01	1,76	1,55
	74	5,62	11,59	4,15	0,66	0,74
	44	8,93	14,17	8,06	11,46	20,65
	- 44	22,59	17,46	25,12	6,15	28,05
	TV	100	15,71	100	4,96	100
4. <u>Après broyeur à barres</u>	100 μm	2,20	14,60	2,00	2,50	1,00
	80	2,60	11,80	1,90	1,70	0,80
	63	8,30	12,60	6,60	2,70	4,00
	50	11,40	13,60	9,80	5,50	11,30
	40	9,30	14,40	8,50	9,60	16,10
	31,5	18,50	15,40	18,00	12,00	39,90
	20	11,20	16,60	11,70	6,50	13,10
	- 20	36,50	18,00	41,50	2,10	13,80
TV	100	15,84	100	5,56	100	
5. <u>Hydro-cyclone coupure à 10 μm</u>	1 surverse	19,07	14,40	17,30	1,30	5,00
	2 surverse	3,59	15,00	3,50	1,40	1,00
	sousverse	77,34	15,80	79,50	6,00	94,00
	alimenta- tion	100	15,40	100	4,90	100
6. <u>Flottation</u>	Fines	23,90	15,00	21,90	0,90	3,80
	concentrés	17,80	45,60	49,60	15,80	49,60
	mixtes	11,20	16,40	11,20	9,70	19,20
	rejet	47,10	6,00	17,30	3,30	27,40
	alimenta- tion	100	16,40	100	5,67	100

TABLEAU 4 : RUTILE - ZIRCON DE BRETAGNE - CARACTERISTIQUES
D'APTITUDE AU TRAITEMENT .

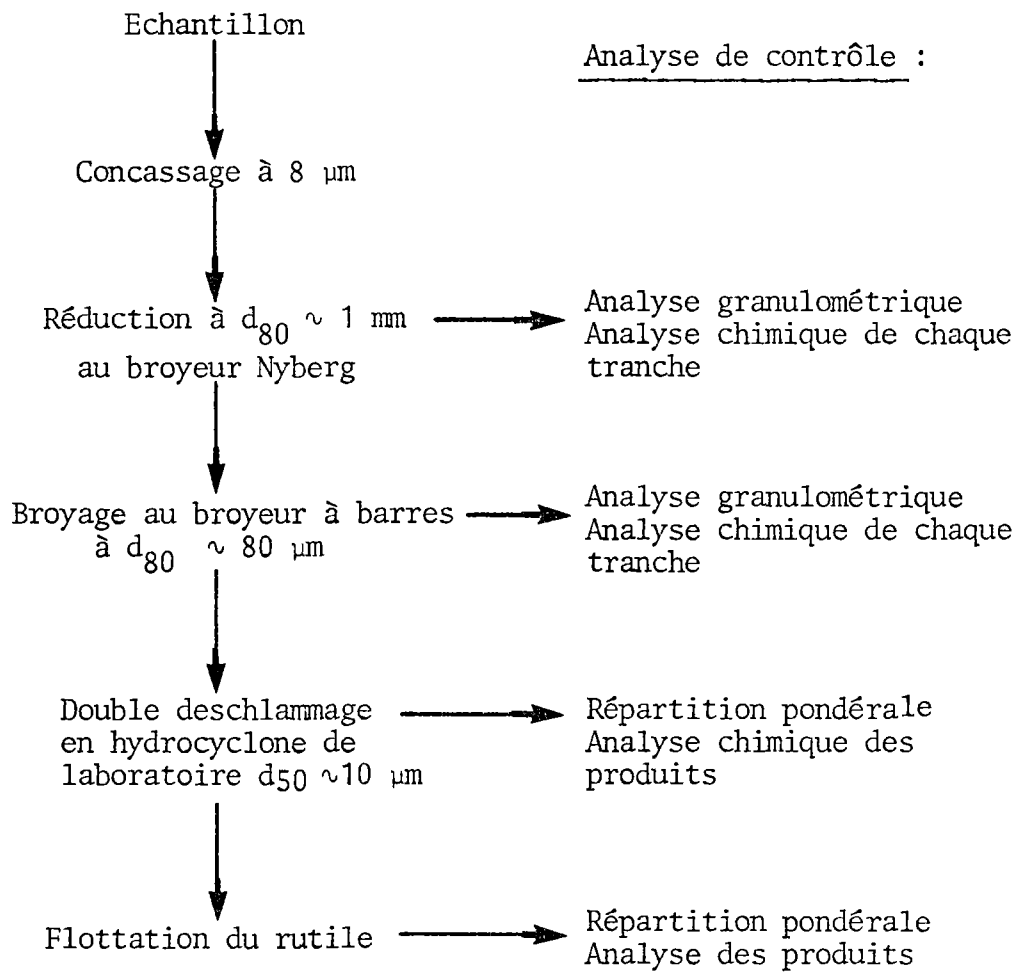


FIGURE 6 : METHODE D'ANALYSE DE L'APTITUDE AU
TRAITEMENT .

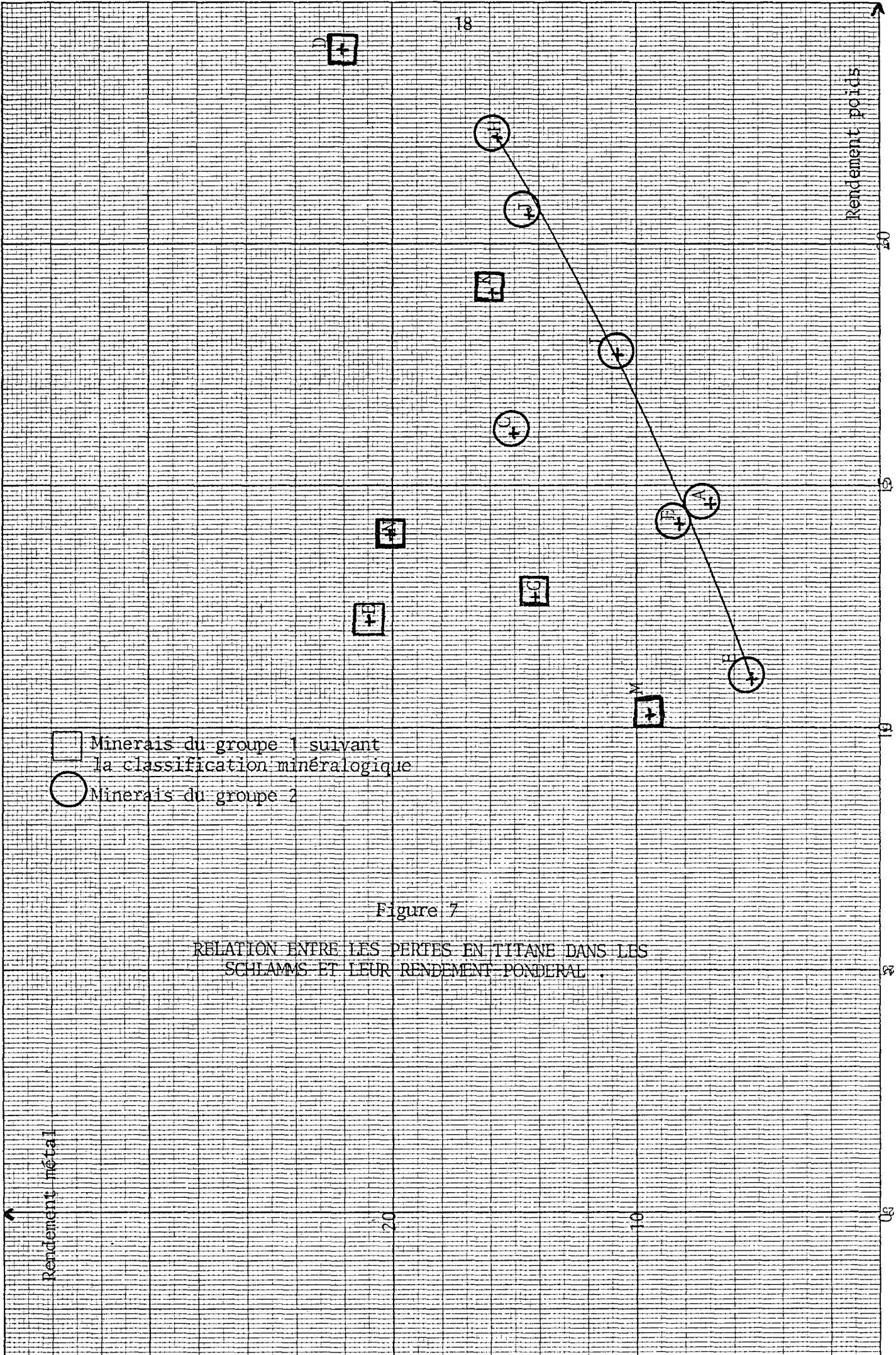


Figure 7

RELATION ENTRE LES PERTES EN TITANE DANS LES SCHLAMMS ET LEUR RENDEMENT PONDERAL .

Il a donc été possible de grouper les échantillons étudiés en deux types principaux de minerais qui se distinguent l'un de l'autre par l'importance relative des différents minéraux titanifères présents dans chacun d'eux et par leur comportement au traitement .

Le minerai "type rutilé" contient essentiellement du rutilé soit en grains détritiques soit en amas de "leucoxène rutilé"; après broyage de ce minerai, la fraction fine (-20 microns) ne s'enrichit pas en TiO_2 et les résultats des séparations densimétriques laissent espérer une certaine réussite des méthodes gravimétriques .

Le minerai "type anatase" est constitué principalement d'anatase soit en agrégats de "leucoxène anatase" soit de grains généralement fins d'anatase libre. Contrairement au type précédent, la fraction fine de ce minerai s'enrichit en TiO_2 après broyage et les résultats des séparations densimétriques laissent prévoir un échec des méthodes gravimétriques .

Cette distinction en deux types de minerai n'est, bien sûr, pas absolue et parmi les 14 échantillons étudiés, la plupart sont des intermédiaires .

Les minerais de Bailleul (Orne) et de La Glacerie (Manche) ont été retenus pour représenter les minerais type anatase et type rutilé respectivement .

4. ETUDE PARTICULIERE des MINERAIS de LA GLACERIE et de BAILLEUL .

41. ETUDE GEOLOGIQUE .

Le Massif Armoricaïn est connu comme une région où les affleurements sont généralement peu développés. Le choix des terrains d'étude était donc conditionné par l'existence conjuguée de contextes géomorphologiques permettant des levés de coupes, de zones d'observations d'horizons minéralisés et, si possible, de sondages ou travaux miniers .

L'examen des cartes d'inventaire a amené à sélectionner le Nord Cotentin et la région de Bailleul. Du même coup, on pourrait étudier des types de minerais réputés comme des termes extrêmes se situant dans des horizons chronostratigraphiquement différents .

L'approche retenue supposait l'étude des grès à trois échelles différentes :

- 1°) au niveau des constituants de la roche et de sa texture : ceci a été abordé au moyen d'études de lames minces ;
- 2°) au niveau des bancs minéralisés : disposition et épaisseur des lits élémentaires, structures sédimentaires (paramètres étudiés principalement lors des levés de coupes) ;
- 3°) au niveau des ensembles de bancs minéralisés : des teneurs ont été estimées à partir des valeurs semi-quantitatives obtenues sur lames minces .

411. Etudes lithographiques .

4111. Paramètres sélectionnés .

On n'a pris en compte que ceux susceptibles d'être rencontrés dans la majorité des lames et présentant un lien plus ou moins direct avec le phénomène de la minéralisation. Les paramètres suivants ont été retenus :

- . structures sédimentaires, observables sur les lames minces,
- . texture des grès (mode d'agencement des grains de quartz),
- . le pourcentage de ciment et la nature de celui-ci ,
- . la taille des grains de quartz et des minéraux lourds ,
- . les pourcentages respectifs dans les divers minéraux lourds retenus ,
- . le degré d'altération du rutilé ,
- . l'importance des néoformations (développement de leucoxène et d'anatase),
- . la présence des minéraux accessoires (micas, feldspaths).

4112. Exploitation des données par ordinateur .

Le grand nombre de données résultant des études a conduit tout naturellement à faire réaliser un programme informatique pour aboutir à une sortie des données sur table traçante .

412. Données sédimentologiques sur les horizons minéralisés .

L'étude géologique régionale a permis de confirmer l'existence, au sein de la série ordovicienne, de trois groupes principaux d'horizons où se sont produits des concentrations importantes en zircons et oxydes de titane .

Dans la succession lithostratigraphique établie pour la Normandie, le premier groupe apparaît au sein des grès armoricains. Ce type sera caractérisé par les gisements de Bailleul, le second au toit des grès armoricains de la zone Nord Cotentin dans une formation à caractère locale " le grès des Moitiers d'Allonne", les grès de May de la zone de Quineville qui ne sera pas présenté dans cette communication .

4121. Niveaux minéralisés du type Bailleul .

Sur les cinq points d'observation : La Perrière, Carrière Nécy, Bailleul Gorges du Meillon (travers-banc en recoupe à 140 m) Villedieu-les-Bailleul, Aubry Ouest et Aubry Est, les horizons minéralisés ont été recoupés et échantillonnés sept fois :

a) *Conditions de gisement, nature lithologique des formations encaissantes* .

L'affleurement des grès armoricains concernant cette zone forme un flanc monoclinal, les couches en position subverticale à l'extrémité Est, voient leur pendage s'atténuer vers l'extrémité Ouest. Le prolongement reste constant vers le Sud. L'affleurement peut être suivi sur environ 15 kilomètres, le long desquels il n'a pas été décelé d'accident transversant important .

Les couches encaissant les horizons minéralisés sont constituées de quartzites fins gris clair, généralement plus massifs vers la base que vers le sommet où apparaissent de fréquents interlits argilo-micacés .

b) *Caractéristiques régionales des horizons minéralisés* .

Les points d'observation situés les plus à l'Ouest montrent des concentrations à la fois de faible puissance et de faible teneur (Perrières-Nécy). En progressant vers l'Est, l'anomalie radioactive ne prend une réelle importance qu'à partir du lieu dit Camp Romain et se poursuit jusqu'à Aubry où elle disparaît sous la couverture mésozoïque. Elle est reconnue pratiquement sans interruption sur une distance de 10 km. Deux niveaux minéralisés semblent exister, distants l'un de l'autre d'une dizaine de mètres de quartzite à faible teneur .

L'horizon inférieur est caractérisé par une très nette prédominance des minéraux titanés, de Bailleul à Villedieu l'épaisseur varie peu (3,2 à 3,5 m) par contre les teneurs augmentent d'Ouest en Est .

L'horizon supérieur, mieux développé, montre des teneurs plus importantes en zircon pouvant atteindre le quart de la phase minéralisée. Si l'on s'en tient à un minerai aux teneurs en zircon + minéraux titanés supérieurs à 10 %, les épaisseurs utiles cumulées varient de 3,4 m à Bailleul, 2,75 m à Villedieu et 4,2 m à Aubry .

c) *Horizons minéralisés de la mine des Gorges du Meillon* .

L'étude de la coupe relevée dans le travers-banc, ainsi que l'examen des levés radiométriques et des analyses chimiques font apparaître l'existence de deux horizons minéralisés distants de 9 mètres .

Sur la figure 8 est reporté le résultat analytique détaillé .

La coupe se résume en une alternance de quartzites fins homogènes et de quartzites fins laminés, ces derniers correspondent systématiquement aux horizons les plus fortement minéralisés. Par rapport aux quartzites stériles de teinte gris clair, les quartzites minéralisés présentent une coloration beige parfois dorée. Les grains de quartz montrent généralement une texture imbriquée, le diamètre des grains varie peu dans les bancs fortement minéralisés (100 à 200 microns) le classement est moins bon en dehors de celle-ci. Le ciment, essentiellement siliceux, contient une faible proportion (3 à 5 %) de matériel argilo-phyliteux .

Les muscovites sont rares, par contre les feldspaths argilisés sont présents de façon constante. Les oxydes de fer argilisés sont très rares dans cette coupe.

Le minerai de Bailleul possède des caractéristiques minéralogiques relativement stables sur l'ensemble de la coupe. En proportion relative le zircon représente moins d'un quart de la phase utile (16 à 24 %), parmi les oxydes de titane les quantités d'anatase sont approximativement le double de celles du rutile (de 53 à 62 % d'anatase pour 14 à 28 % de rutile), sauf aux épontes où les rapports sont légèrement différents .

4112. Niveaux minéralisés type Nord Cotentin .

Sur les nombreux points d'observation se rapportant à cet horizon, il n'a malheureusement pas été possible, en raison de la mauvaise qualité des affleurements (même en travaux miniers), de réaliser une étude sédimentologique sur une coupe complète. La plupart des résultats présentés sont établis sur des échantillons mal positionnés par rapport à l'ensemble de la couche minéralisée .

a) *Conditions de gisement, nature lithologique des formations encaissantes* .

La zone Ouest du Nord Cotentin a conservé des formations paléozoïques dans un système de synclinaux et localement d'anticlinaux. Les trois synclinaux principaux présentent un flanc renversé sur les versants Nord et les terminaisons périclinales Nord-Est. Dans ce contexte structural particulier se manifestent fréquemment des cisaillements et écaillages entre les formations gréso-quartzitiques et les formations schisteuses. Malgré les complications tectoniques, il a été établi que les concentrations en rutile-zircon ne se localisent pas, comme à Bailleul, au sein de la formation du grès armoricain, mais à son toit dans une unité gréseuse faisant transition avec les schistes à Calymènes sus-jacents.

Cette unité a été localement baptisée Grès des Moitiers d'Allonne, elle est constituée essentiellement de quartzites sombres beiges à noirâtres et présente des intercalations schisteuses d'autant plus importantes que l'on s'élève dans la série .

b) *Caractéristiques régionales des horizons minéralisés* .

L'absence de bonnes coupes ne permet que de se faire une idée approximative des variations latérales tant en puissance qu'en teneurs moyennes .

Ce que l'on peut dire, sans entrer dans le détail, est que l'horizon à concentration de minéraux lourds présente une épaisseur variant de 4 à 10 m. Au sein de cet horizon, peuvent localement s'établir des subdivisions en bancs riches séparés de bancs pauvres, voire stériles : 2 bancs riches à Sideville et Neretz, 3 bancs riches à Acqueville.

Sur le plan des teneurs globales, l'échantillonnage étudié ne permet pas d'établir une zonalité précise : on note, toutefois, une très forte réduction des teneurs vers la Magne, réduction qui semble suivre celle de l'épaisseur de l'ensemble grès armoricain - grès des Moitiers d'Allonne.

Au niveau minéralogique, les associations diffèrent de celles de Bailleul essentiellement au niveau des proportions relatives en minéraux titanés : le rutile est dominant par rapport à l'anatase (maximum 2R pour 1A, minimum 1R pour 1A).

Les proportions relatives en zircon sont, en moyenne, de l'ordre de 1/4 du stock utile, elles atteindraient, d'après échantillonnage, des valeurs extrêmes minimum de 1/6 au Fort du Roule et maximum de 1/3 à La Glacerie.

c) *Zone minéralisée de La Glacerie*.

Les observations réalisées dans les travaux miniers de La Glacerie, compte tenu d'une grande complexité tectonique, n'ont pas permis d'aboutir à la reconstitution d'une coupe de référence. Un banc d'une puissance de 4 m, radioactivité supérieure à 200 μ Rh, semble correspondre au maximum d'extension en épaisseur de l'horizon exploitable en ce lieu.

Il est représenté par des quartzites généralement rouges fins (de 100 à 250 microns), parfois grossiers à grains millimétriques homogènes ou laminés.

Le ciment, constitué en grande partie de silice, contient également du matériel argilo-phylliteux (moyenne 4 à 5 %) et des oxydes de fer en quantité importante (5 à 15 %).

Les micas sont totalement absents et les feldspaths argilisés n'y sont présents que dans de très faibles proportions (1 à 3 %).

Les échantillons prélevés entre les cotes d'enfoncement dans la galerie, de 26 m à 31,80 m, montrent des teneurs totales variant de moins de 2 %, de 26 à 28,30 m, à environ 15 % de 29 à 30,25 m. A 31,80 m, deux échantillons montrent des valeurs exceptionnelles voisines de 50 % dont 21 % en zircon.

L'association minéralogique présente une proportion plus élevée que dans les autres sites en zircon. Cette élévation semble se faire au détriment du rutile dont le rapport avec l'anatase tombe aux environs de la valeur minimale de 1.

413. Récapitulatif des résultats des études .

En résumé à l'étude sédimentologique des horizons minéralisés, il apparaît des différences sensibles entre les types étudiés .

Par ailleurs, l'étude géologique a mis en évidence qu'ils se situaient à des niveaux différents dans la succession lithostratigraphique ordovicienne.

Lithostratigraphie		Type Bailleul	Type Nord Cotentin
		Grès armoricain partie moyenne	Grès des Moitiers- d'Allonne
Lithologie	quartz ϕ moyen	100 à 400 μ	100 à 250 μ
	texture	imbriquée-tectonisée	imbriquée-tectonisée
	oxydes de fer	trace à 9 %	1 à 15 %
	argile-phyllite	1 à 5 %	1 à 20 %
	micas	traces	traces
	feldspaths	traces à 2 %	rare
Proportion relative en	zircon	10 à 25 %	15 à 45 %
	rotile	10 à 25 %	30 à 60 %
	anatase	50 à 80 %	20 à 45 %
Epaisseurs-teneurs		2 niveaux sup. 2,75 m à 5,6 m 14 % à 9,22 % inf. 3,2 à 3,5 m 12 % à 4-5 %	2 à 3 niveaux groupés sur 6 à 10 m d'épaisseur variant entre 2 et 5 m à te- neur minimale 10 % et maximale 22 %

TABLEAU SYNTHETIQUE

Le tableau fait apparaître les caractéristiques principales des deux types de minerai :

- le type Bailleul est représenté par un quartzite dont les grains de quartz fortement imbriqués peuvent atteindre 400 microns de diamètre. Le ciment contient de faibles proportions en phyllites et oxydes de fer. La minéralisation est caractérisée par la très nette dominante de l'anatase (minéral authigène développé en cristaux de taille très irrégulière),
- le type Nord Cotentin caractérisé par un quartzite en moyenne plus fin (250 microns), à forte cohésion peut contenir au niveau de son ciment des proportions importantes de phyllites et oxydes de fer. La minéralisation est à dominante de rutile (minéral d'origine détritique de diamètre moyen 50-60 microns), le zircon y est également bien développé .

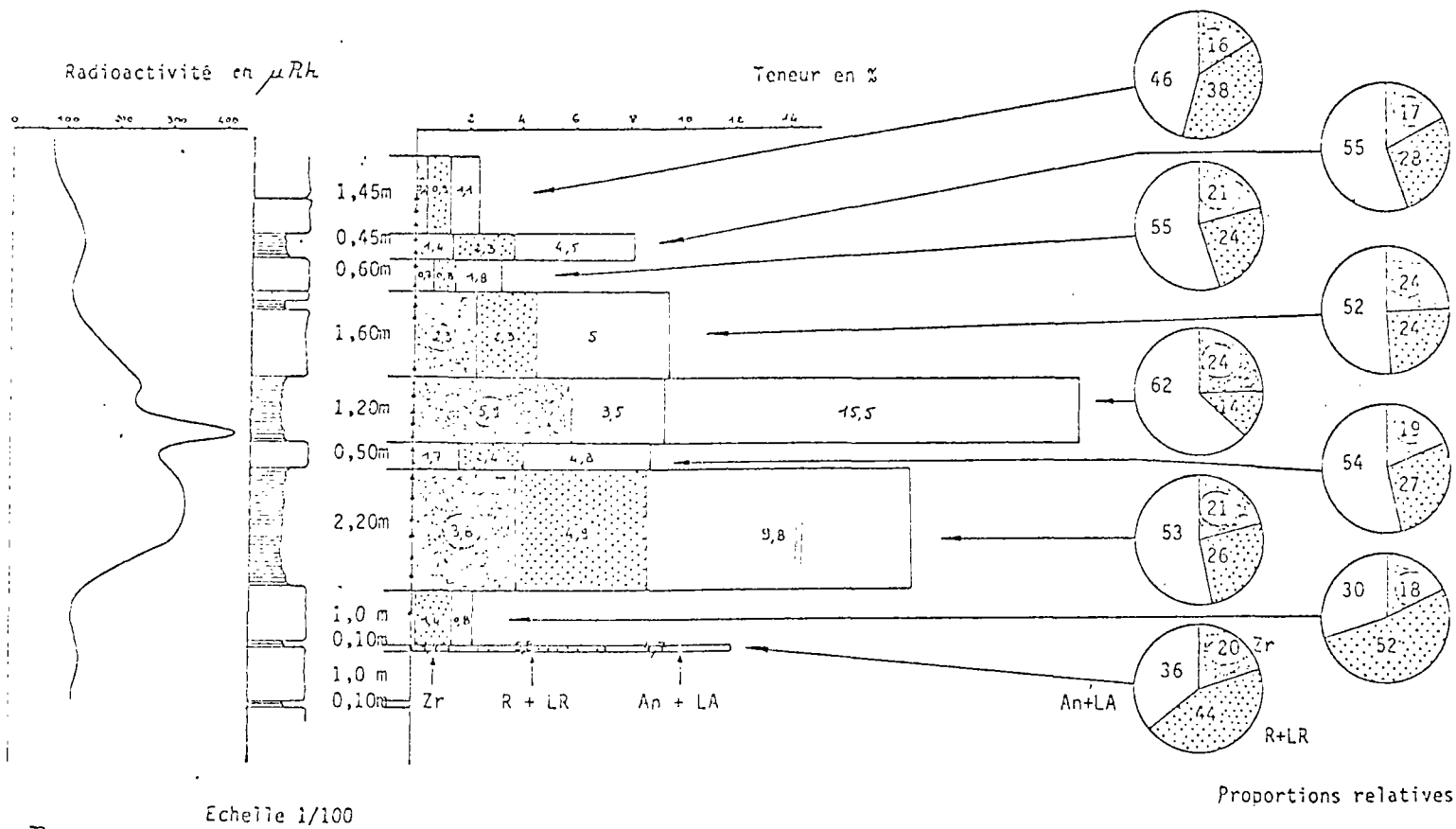


FIGURE 8 : BAILLEUL - TRAVAUX MINIERS RECOUPE A 140 M - VARIATION DE TENEUR DES BANCS .

42. ETUDE TEXTURALE .

L'analyse texturologique des grès à zircon et rutile a été réalisée à l'aide d'un analyseur quantitatif d'images qui permet de travailler en microscopie à réflexion sur sections polies. L'image optique ainsi obtenue est reprise par une caméra de télévision, puis visualisée sur un écran de contrôle. En chaque point de cette image, un spot d'analyse délivre un signal électrique proportionnel au flux lumineux perçu. La comparaison de ce signal à des seuils de référence ajustables permet la séparation du champ d'analyse en différentes zones de pouvoirs réflecteurs. Ces différentes zones correspondent aux minéraux présents sur la section polie qui peuvent être ainsi isolés, sélectionnés et quantifiés .

421. Fonctions analytiques .

L'analyse proprement dite se traduit par la détermination du nombre de points-image détectés appartenant respectivement à une ou plusieurs phases que l'on désire caractériser. Les fonctions d'analyse permettent d'obtenir, par rapport à un masque de référence variable, la surface occupée par la phase, le périmètre des particules, leur dénombrement, leurs projections et autres paramètres texturaux .

422. Caractérisation "in situ" des minerais de Bailleul et de La Glacerie .

On a développé la reconnaissance texturale en place des prélèvements de La Glacerie et Bailleul en caractérisant spécifiquement trois phases minérales : le rutile ou anatase, le leucoxène et le zircon .

Le rutile et l'anatase ont été comptabilisés ensemble du fait de leur même pouvoir réflecteur .

L'étude a porté sur 12 sections polies de granulats concassés pour chaque gisement. Pour chaque échantillon analysé, il est fourni un graphe de distribution granulométrique. Sur l'ensemble de ce lot, on a déterminé la distribution granulométrique moyenne où les valeurs sont exprimées en pourcentage volumétrique .

L'analyseur d'images quantifie des phases minérales et exprime les résultats en pourcentage volumétrique. Pour traduire les résultats en pourcentage pondéral, il suffit de tenir compte de la masse spécifique du minéral et de la masse spécifique apparente du minerai. Si l'on veut exprimer les résultats en fonction du métal, il faut prendre en compte la composition chimique du minéral. Ces calculs ne posent pas de difficulté , si ce n'est pour le leucoxène qui est un minéral mal défini par sa composition en TiO_2 . C'est pourquoi, on a considéré les résultats d'analyse à la microsonde électronique des grains de leucoxène qui révèlent une composition moyenne de l'ordre de 70 % en TiO_2 qui est sensiblement voisine pour Bailleul comme pour La Glacerie :

	RUTILE		LEUCOXENE		ZIRCON	
	La Glacerie	Bailleul	La Glacerie	Bailleul	La Glacerie	Bailleul
Pourcentage volumétrique	8,96	6,0	4,46	4,6	5,64	5,4
Pourcentage pondéral	12,3	8,2	4,6	4,8	9,1	8,7
Teneur en TiO ₂	12,3	8,2	3,2	3,4	-	-

Remarque minéralogique :

Bailleul et La Glacerie sont deux minerais très différents par leur degré d'altération de la roche encaissante (La Glacerie très saine) et l'expression du leucoxène .

Pour La Glacerie, le "leucoxène" présente un pouvoir réflecteur compris entre le rutile et le zircon. C'est ce qu'on a quantifié à l'aide d'un objectif à immersion d'huile .

Pour Bailleul, le "leucoxène" présente un pouvoir réflecteur beaucoup plus faible qui se situe dans le domaine du quartz. C'est pourquoi, on l'a quantifié en microscopie équipée en fond noir .

Il résulte de cette analyse que le rutile et le zircon quantifiés pour Bailleul et La Glacerie ne posent aucun problème. Par contre, la frontière entre rutile-leucoxène pour La Glacerie est plus sujette à caution, car certains grains de rutile apparemment sains se trouvent comptabilisés alors qu'ils appartiennent à des agrégats de leucoxène ou en voie de leucoxénisation.

423. Confrontation des résultats pour les deux gisements .

Teneur pondérale (tableau 5) .

Les résultats sont exprimés en pourcentage pondéral d'oxyde de titane, qu'il est possible d'extraire du rutile et du leucoxène, et de zircon en fonction du diamètre des grains en place .

- Zircon : La Glacerie présente une courbe gaussienne . Bailleul a une courbe de tendance bimodale dont les pics se situent à 60 μm et vers les fines. Cette descendance vers les fines est probablement due à un certain degré de fracturation de la roche dans son ensemble .
- Rutile : Comme pour le zircon, La Glacerie révèle une courbe gaussienne centrée vers 30-35 μm . Bailleul a une courbe granulométrique plutôt de type poissonnien avec un maximum à 10-15 μm .
- Leucoxène : Le gisement de La Glacerie a une courbe granulométrique de leucoxène qui montre des grains de très faible dimension (87 % sont inférieurs à 20 μm). Par contre, le leucoxène de Bailleul se présente sous une forme granulométrique très régulière de Gauss, centrée sur une dimension moyenne de 45 μm .

Ø en µm	RUTILE		LEUCOXENE		ZIRCON	
	LA GLACERIE %	BAILLEUL %	LA GLACERIE %	BAILLEUL %	LA GLACERIE %	BAILLEUL %
0	12.3 100 %	8.2 100 %	3.2 100 %	3.4 100 %	9.1 100 %	8.7 100 %
2.5	12.1 98 %	7.8 95 %	2.7 85 %	3.3 98 %	9.0 98 %	8.4 96 %
5	11.9 96 %	7.4 90 %	2.3 70 %	3.2 96 %	8.8 96 %	8.1 93 %
10	11.3 91 %	6.6 80 %	1.4 43 %	3.1 90 %	8.4 92 %	7.5 86 %
15	10.5 85 %	5.8 70 %	0.8 24 %	2.95 88 %	7.9 86 %	7.0 80 %
20	9.7 78 %	5.0 61 %	0.45 14 %	2.8 83 %	7.3 80 %	6.5 75 %
25	8.8 71 %	4.2 52 %	0.3 10 %	2.6 77 %	6.6 72 %	6.0 69 %

TABLEAU 5 : BILAN RECAPITULATIF .

424. Taux d'inclusions dans le rutilé .

Les mesures du taux d'inclusions dans le rutilé sont indicatives sur l'estimation des inclusions siliceuses, mais ne permettent pas, en raison de leur taille et du nombre de grains mesurés de révéler une différence considérable entre les deux prélèvements. Ces mesures signalent le fait important de la présence d'une quantité non négligeable de quartz dans les grains sains de rutilé dont il faudra tenir compte dans la valorisation de ces minerais (voir figure 9) :

	<u>La Glacerie</u>	<u>Bailleul</u>
Mesure des inclusions dans le rutilé	150 grains	250 grains
Pourcentage moyen d'inclusions.....	3,9 % (+ ou - 1%)	2,5 % (+ ou - 1%)
Moyenne des pourcentages par grain.....	3,0 % (+ ou - 1%)	1,9 % (+ ou - 1%).

43. ETUDE du TRAITEMENT .

431. Minerai de Bailleul .

4311. Etude du broyage .

La première difficulté à résoudre a été la libération des minéraux utiles et plus particulièrement celle des minéraux titanifères en évitant autant que possible leur surbroyage. Pour cela, différents appareils de broyage primaire (broyeur à cylindres, broyeur giratoire, broyeur aérofall) et de broyage secondaire (broyeur à boulets, broyeur à barres, broyeur vibrant, broyeur à choc sous vide, broyeur à détente de vapeur) ont été expérimentés. Les résultats obtenus sont très voisins quel que soit le mode de broyage et donc il n'a pas été possible d'éviter, sur ce type de minerai, la production de fines (-20 microns) légèrement enrichies en TiO_2 et correspondant à une partie importante en titane total contenu .

Ainsi, un broyage à 100 % inférieur à 100 microns (d_{90} voisin de 80 microns) permet d'obtenir les trois classes de produits suivantes :

- . une fraction grossière (+ 80 microns) appauvrie à la fois en TiO_2 et en zircon, la libération des minéraux utiles étant pratiquement nulle pour les oxydes de titane et complète pour le zircon ;
- . une fraction moyenne (10-80 microns) particulièrement enrichie en zircon, la libération étant proche de 100 % pour le zircon et seulement de 70 - 80 % pour les minéraux titanifères ;
- . une fraction fine (- 10 microns) enrichie en TiO_2 et en minéraux argileux, appauvrie au contraire en zircon; tous les minéraux étant probablement libérés .

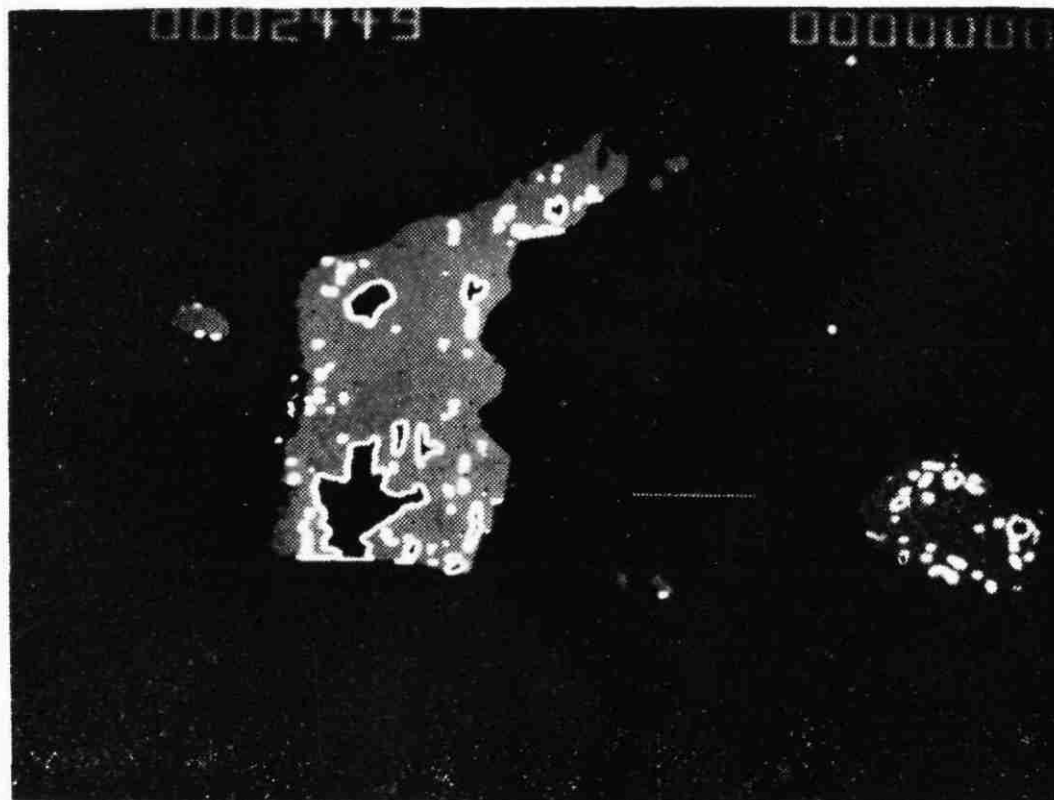
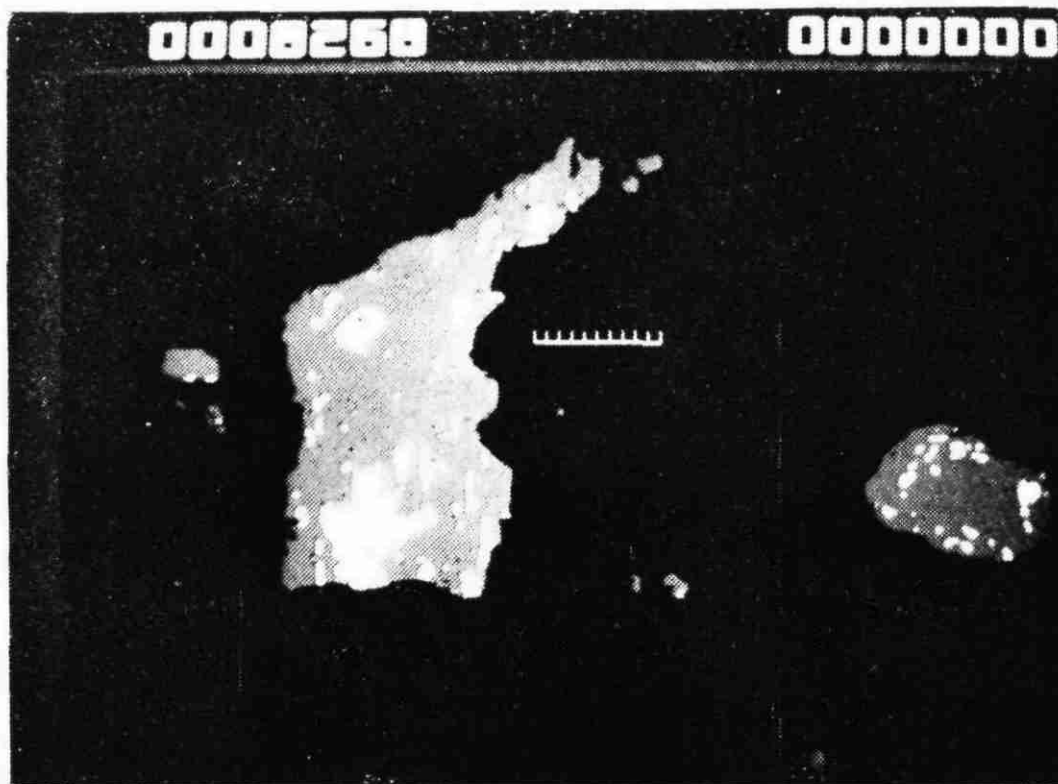


Fig. 9 - Inclusions de silice dans les particules de rutile :

- en haut, détection des inclusions

- en bas, mise en évidence du périmètre de ces inclusions.

4312. Etude de la concentration gravimétrique .

Des essais de concentration gravimétrique ont été réalisés sur les fractions supérieures à 10 microns. Les résultats obtenus sur spirale et sur sluice Lamflo montrent que seul le zircon contenu dans la fraction grossière peut être ainsi préconcentré. Le zircon et le rutile détritique appartenant à la fraction moyenne peuvent être concentrés sur table à secousses, l'épuisage nécessite toutefois plusieurs passages. En conclusion, les procédés gravimétriques permettent de récupérer essentiellement le zircon avec un rendement satisfaisant ainsi qu'une partie des oxydes de titane et un peu de monazite .

4313. Etude de la flottation .

Les études entreprises sur les possibilités d'enrichissement de ce minerai par flottation ont permis d'orienter les recherches dans quatre directions principales :

- . flottation sélective du zircon après conditionnement à chaud ,
- . flottation sélective des oxydes de titane après dépression du zircon ,
- . flottation globale TiO_2 + zircon en pulpe acide avec un collecteur cationique ;
- . flottation inverse (c'est-à-dire du quartz) en pulpe basique avec un collecteur cationique .

Après étude de ces différentes méthodes, il apparaît que la flottation sélective des minéraux titanifères permette d'aboutir aux résultats les plus intéressants. L'obtention de concentrés à 80 % en TiO_2 est résolue à l'échelle du laboratoire sur la fraction moyenne avec une récupération satisfaisante par rapport à l'alimentation de la flottation. Ce chiffre dépendra en grande partie du recyclage des mixtes de relavage .

4314. Etude de la fraction ultra-fine par l'agglomération et la floculation sélectives .

La flottation, l'agglomération puis la floculation sélectives, successivement expérimentées sur les schlamms du minerai de rutile-zircon de Bailleul (100 % < 20 μm , 70 % < 2 μm , 26,5 % < 0,5 μm) ont donné des résultats décevants :

- l'agglomération par du gas-oil et des collecteurs anioniques (acides gras, sulfates et sulfonates) en présence de silicate de sodium et d'un chélatant du fer, à pH : 9, n'aboutit qu'à un enrichissement très faibles en TiO_2 dans la phase agglomérée ,
- la floculation sélective par des polyacrylamides non ioniques conduit à une phase dispersée faiblement enrichie en TiO_2 avec une très basse récupération ,
- l'étude minéralogique paraît indiquer la présence d'agrégats de particules de natures différentes, non dissociés par les moyens de dispersion usuels (il s'agit alors d'agrégats primaires). D'autre part, l'existence d'un recouvrement des particules par des minéraux ferrugineux de dimensions colloïdales, n'est pas exclue ainsi que l'activation uniforme des surfaces des minéraux (très divisés), en présence, par des ions Fe^{3+} . L'une ou l'ensemble de ces hypothèses pourrait expliquer la mauvaise sélectivité présentée par tous les moyens physiques de séparation mis en oeuvre sur ces schlamms .

4315. Etude des possibilités d'épuration des concentrés primaires .

Le traitement des concentrés gravimétriques a été étudié en vue de la séparation zircon/rutile/monazite. Les meilleurs résultats ont été obtenus par séparation magnétique à haute intensité à sec pour la concentration de la monazite et électrostatique pour la séparation zircon/rutile .

4316. Expérimentation globale en discontinu du traitement retenu .

Compte tenu de l'ensemble des résultats précédents, un schéma de traitement global du minerai de Bailleul a été élaboré, comprenant essentiellement : broyage, deschlammage, concentration gravimétrique du zircon grossier, recyclage au broyeur de la fraction ainsi traitée, concentration gravimétrique du zircon et du rutile à partir de la fraction intermédiaire, traitement électromagnétique et électrostatique des concentrés gravimétriques et flottation de l'anatase restant dans cette même fraction .

En tenant compte des résultats partiels de chaque phase de séparation et dans l'hypothèse où le recyclage des différents mixtes s'opère normalement (ce point très important ne pourra être résolu que par des essais en continu), on peut établir un bilan global moyen . Ainsi, on peut raisonnablement espérer obtenir industriellement :

- . un concentré de zircon à 90 % de pureté avec une récupération satisfaisante ,
- . un concentré rutile + anatase à 75 % de pureté avec une récupération moyenne .

432. Minerai de La Glacerie .

4321. Etude du broyage .

Les essais de broyage réalisés sur ce lot ont confirmé les résultats obtenus auparavant. En effet, après broyage à - 100 microns, la fraction fine n'est pas enrichie. Un deschlammage à 10 microns permet d'obtenir sur le même produit broyé une fraction fine appauvrie en titane .

4322. Concentration gravimétrique .

Les premiers essais de traitement gravimétrique effectués sur table à secousses, à partir de la fraction grossière d'une part et de la fraction moyenne d'autre part, ont montré d'abord qu'il était ainsi possible de récupérer le zircon avec un rendement légèrement inférieur à celui obtenu sur le minerai de Bailleul malgré une teneur de départ plus élevée. Par ailleurs, la concentration des minéraux titanifères a été beaucoup moins satisfaisante que ne permet de l'espérer l'étude d'orientation.

4323. Etude de la flottation .

La flottation sélective des oxydes de titane, telle qu'elle avait été mise au point sur le minerai de Bailleul a été expérimentée sur les rejets de gravimétrie provenant du traitement du minerai de La Glacerie. Il s'est avéré plus difficile sur ce minerai, d'obtenir des concentrés à teneur élevée en TiO_2 . Toutefois, en modifiant un peu la méthode de flottation pour tenir compte de la teneur en fer plus élevée dans le minerai de La Glacerie, on peut aboutir à des concentrés à 70% en TiO_2 avec un rendement de flottation comparable à celui obtenu sur le minerai de Bailleul .

4324. Etude de l'épuration des concentrés primaires .

Cette étude a conduit à des résultats très voisins de ceux du minerai de Bailleul.

4325. Expérimentation globale en discontinu du traitement retenu.

Comme sur le minerai de Bailleul et pour conclure cette étude comparative des deux types de minerai, un essai global de traitement a été effectué sur une tonne de minerai de La Glacerie selon un schéma identique à celui expérimenté de la même manière sur le minerai de Bailleul. En tenant compte des résultats partiels de chaque phase et dans l'hypothèse où le recyclage des mixtes s'opère normalement, un bilan global de traitement du minerai de La Glacerie a été établi et donne des résultats très voisins de ceux obtenus sur le minerai de Bailleul, on doit noter, cependant, que la récupération en zircon est plus faible ainsi que la teneur des concentrés de titane (rutile ou anatase).